Rec'd PCT/PTO 2 7 JAN 2005



KONGENIKET NORGE The Kingdom of Norway

10/523151 # 1 PCT/NO () 3 / () () 2 6 () REC'D 27 AUG 2003

Bekreftelse på patentsøknad nr

Certification of patent application no

2002 3603

PRIORITY DOCUMENT

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

Det bekreftes herved at vedheftede dokument er nøyaktig utskrift/kopi av ovennevnte søknad, som opprinnelig inngitt 2002.07.29

 It is hereby certified that the annexed document is a true copy of the abovementioned application, as originally filed on 2002.07.29

2003.08.01

Fooddey Stopmmen

Freddy Strømmen Seksjonsleder

Mul Keum Line Reum

PATENTS TYRE 19 1 Sign of the trainal Light Street Street

BEST AVAILABLE COPY

AJJ/DLA

E26265

AMI GO AS Lysaker Torg 25 1366 Lysaker

Oppfinner(e):

Tomas Carlsson Lesja Gjestgiveri 2665 Lesja Norge

Fremgangsmåte for fremstilling av et proteinprodukt beriket med frie aminosyrer og korte peptider, dette produkt samt dets anvendelse

Foreliggende oppfinnelse angir en fremgangsmåte for fremstilling av et proteinprodukt beriket med frie aminosyrer og kortepeptider, det oppnådde produkt samt dets anvendelse som dyreför og/eller i produkter for veterinærmedisinsk bruk og i næringsmiddelindustrien. I tillegg kreves et oljeprodukt som er et resultat av ovenfor nevnte fremgangsmåte.

Det er kjent i industrien å produsere peptider og aminosyrer gjennom syrehydrolyse, samt med bioteknologisk og eller kjemisk/teknisk, både naturlig og kunstig produserte, konsentrerte enzymer. Foreliggende oppfinnelse er en måte å bruke de naturlig forekommende nedbrytningsenzymene fra animalske/akvatiske råvarer i en industriell prosess som gir et produkt med veterinærmedisinsk kvalitet eller næringsmiddelkvalitet.

Med veterinærmedisinsk kvalitet menes produkter som er klassifisert som medisin for dyr.

Med næringsmiddelskvalitet menes produkter som brukes for humankonsumering enten som additiv eller som selvstendig produkt.

Oppfinnelsen brukes til å produsere förprodukter, i form av et additiv eller som selvstendige produkter.

Aminosyrer og peptider er velkjente innen farmasøytisk, naturmedisinsk og veterinærmedisink industri som bestanddeler i produkter som for eksempel intravenøs ernæring samt som spesialernæring for å lindre visse trauma. Her har det frem til nå hovedsaklig vært benyttet ekstrakter fra blodplasma og proteinhydrolysat produsert med pankreas enzymer fra svin og kalv. Oppfinnelsen gir farmasøytisk industri en mulighet til å få tilgang til aminosyrer og peptider av en hittil ukjent kvalitet.

Peptider/aminosyrer brukes i næringsmiddelindustrien, som bindemidler, emulgatorer, smakstilsetning, og liknende. Anvendelsene er betydelige og stigende. De mest anvendte peptider og aminosyrer i næringsmiddelindustrien stammer fra soyabønner og melk. Spesielt aminosyrer og peptider fra soya og melk er kjent for å forårsake allergene reaksjoner som kun kan unngås hvis man anvender en annen peptid/aminosyresammensetning som ikke stammer fra disse kilder eller en peptid/aminosyresammensetning fra soya og melk som er tilstrekkelig modifisert for å ikke forårsake disse reaksjoner. Således er det et stort behov for en fremgangsmåte som tilveiebringer en sammensetning av aminosyrer og peptider som også kan stamme fra

15

soya og/eller melk, men som ikke forårsaker allergene reaksjoner. Produkter fra de fleste animalske kilder har ikke oppnådd samme grad av anvendelse, da det ikke finnes ekstraksjonsteknikker som kan bevare produktets funksjonalitet og samtidig fjerne uønskede kvalitetsforringende komponenter som for eksempel salt og fett.

Innen förproduksjonen anvendes mange forskjellige sammensetninger av proteiner, peptider og aminosyrer som stammer fra ulike kilder. I förproduksjonen er sammensetning av peptidene, aminosyrene og proteinene også meget viktig ettersom dyrenes vekstevne er avhengig av et balansert förinntak. Således er det også her et stort behov for en fremgangsmåte som tilveiebringer en hvilken som helst ønsket sammensetning som gir optimale vekstbetingelser for dyrene.

I det følgende brukes uttrykket "endogene" enzymer som et uttrykk for proteinproduktets egne enzymer i motsetning til de "eksogene" enzymer som er fremmedenzymer som tilsettes råvaren av proteiner i forbindelse med en tradisjonell hydrolyse. Et eksempel på et "eksogent" enzym er "Deterzyme APY", som er en bakteriell protease (E.C.3.4.21) fremstilt ved kontrollert fermentering av *Bacillus alcalophilus* og som kan kjøpes fra flere leverandører. Med endogene enzymer menes også enzymer ekstrahert fra andre lignende naturlige enzymvarer/råvarer, fortrinnsvis fra kaldblodige dyr.

Benevningen hydrolysat er i den nedenstående teksten brukes som en betegnelse på de råvarer som befinner seg under prosessering, dvs. at den tempererte og pH-justerte blandingen av råstoff og vann utgjør hydrolysatet.

Det foreligger flere patenter innenfor oppfinnelsens område som for eksempel RU 2103360 som beskriver et næringsmedium for kultivering av eukaryotceller og en fremgangsmåte for fremstilling av et hydrolysat fra fiskeslo som fremstilles ved proteolytisk hydrolyse. Denne hydrolyseprosessen gjennomføres med en høy pH justert med natriumhydroksid, ved hjelp av temperaturinaktivering, filtrering og tørking hvor fiskeavfallet blandes med destillert vann i forhold 1:1, og ved at hydrolysen skjer ved en temperatur på +40° - +42°C inntil man oppnår en vektandel på aminonitrogen på 5,5-6,5% og en vektandel på frie aminosyrer på 50-60%.

Dessuten er det i SU 1755417 kjent en fremgangsmåte for produksjon av hydrolysater av fiskeråvaren i en fermentor hvor det tilsettes et fermenteringspreparat fulgt av

25

20

filtrering og tørking av produsert hydrolysat, hvor man anvender ikke-knust råvare som mater periodisk inn i fermentoren.

RU 1559466 beskriver en fremgangsmåte for produksjon av hydrolysater, som forutsetter knusing av fiskeprodukter eller avfall fra foredling av disse, blanding med vann, oppvarming av blandingen, tilsetning av et proteolytisk fermenteringspreparat, fermentering, filtrering og tørking, hvor blandingen av råstoff og vann skjer i forhold 2:1 - 1:1, oppvarmingen skjer opptil +40°- +45°C, mens fermentasjon foretas over 0,5 – 2,5 timer ved bruk av det eksogene enzymet protosubtilin G3x.

10

Ytterligere nevnes FR 2168259 som beskriver en enzymatisk hydrolyse av fiskeproteiner som utføres ved å knuse fersk fisk til en fin masse uten å tilsette vann. Det tilsettes eksogene enzymer og massen hydrolyseres i ca 15 timer avhengig av ønsket løselighet. Produktet stabiliseres i 5-20 minutter ved +90°- +100°C, filtreres, pasteuriseres og sentrifugeres. Prosessen gir produkter med høy næringsverdi.

Som vist over er det kjent forskjellig teknikk for frigjøring av proteiner, peptider og aminosyrer fra fisk som er egnet for næringsmiddelproduksjon. Dessuten er det kjent å fremstille også olje/fett fra råmaterialet fra plante- så vel som animalske råvarer.

20

Formålet med foreliggende oppfinnelse er å tilveiebringe en fremgangsmåte for fremstilling av et proteinprodukt inneholdende frie aminosyrer og kort og lang peptider basert på bruk av naturlige enzymer uten tilsetning av noen ikke naturlige stoffer. Dette i motsetning til andre metoder som bruker enzymer fra mange forskjellige kilder slik som fra bakteriekulturer o. lign.

Videre skal metoden også redusere fettet i sluttproduktet til et så lavt nivå at ulempene med bruk av fiskeråvarer elimineres. Det skal tilveiebringes et produkt som skal kunne brukes innenfor mange forskjellige områder hvor fettinnholdet i produkter produsert med kjente metoder har begrenset eller umuliggjort dette.

Videre er det et formål å utnytte råvarene mest mulig fullstendig og at belastningen av miljøet i forbindelse med produksjonen blir lavest mulig.

Således er det tilveiebrakt en fremgangsmåte for utvinning et proteinprodukt inneholdende peptider og frie aminosyrer fra en eller flere proteinholdige råvarer kjennetegnet ved at den innbefatter følgende trinn:

a. å kverne råvarene;

10

15

20

- b. å oppvarme den kvernede råvaren til temperaturer i området fra 40 62°C, fortrinnsvis 45 58°C;
- å_eventuelt før og/eller etter oppvarmingen separere olje/fett fra råvarene for å oppnå et første oljeprodukt;
- d. å tilsette vann, hvor vannet holder tilnærmet eller samme temperatur som råvarene, hvor pH-verdien av vannet er justert ved tilførsel av kalsium;
- e. å hydrolysere råvarene med endogene enzymer for å fremstille et hydrolysat;
- f. å eventuelt under hydrolyseringen tilsette en pH-regulator, for eksempel kalsium, nitrogen eller benmel, for å opprettholde den ønskede pH-verdi i hydrolysatet, lut brukes ikke for pH-regulering;
- g. å oppvarme hydrolysatet til 75-100°C, fortrinnsvis 85-95°C:
- h. å fjerne større partikler fra hydrolysatet inklusive ikke hydrolyserte proteiner;
- i. å eventuelt skille ut fett/olje, for å oppnå et andre oljeprodukt;
- j. å fjerne proteinene og lange peptider;
- k. å konsentrere de resterende aminosyrer og peptider;
- 1. å tilbakeføre proteiner og lange peptider til konsentratet for å oppnå et proteinprodukt og
- m. å eventuell tørke proteinproduktet, for å oppnå et tørt produkt inneholdende proteiner, frie aminosyrer og kort og lange peptider.
- Foretrukne trekk ved fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen fremgår fra medfølgende krav 2-8.

Proteinproduktet ifølge oppfinnelsen er kjennetegnet ved at det innholder 5-95 vekt-% frie aminosyrer fortrinnsvis 30-60 vekt-%, mens de resterende 95-5 vekt-% omfatter proteiner og mineraler, hvor mineralene er naturlige mineraler av biologisk opprinnelse.

Videre har proteinproduktet et fettinnhold på mindre enn 0,5 vekt-% og et lavt saltinnhold typisk mindre enn 1 vekt-%.

Oppfinnelsen innbefatter også en anvendelse av en av fremgangsmåtene ifølge oppfinnelsen for fremstilling av et veterinærmedisinsk produkt, et næringsmiddelprodukt samt et fôrprodukt.

6

Ytterligere er det tilveiebrakt en olje, kjennetegnet ved at den er det første oljeprodukt fremstilt ved fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen og er av næringsmiddelkvalitet.

Foreliggende oppfinnelse løser på den ene siden problemet med å tilveiebringe produkter med et bredt kvalitetsspekter som varierer fra anvendelse for næringsmiddelproduksjon til anvendelse av produktene med farmasøytisk kvalitet.

Foreliggende oppfinnelse løser dette problemet ved å anvende fiskens egne endogene enzymer og tilpasse produksjonsbetingelsene til disse enzymer.

Prosessen skiller seg vesentlig fra tidligere kjente hydrolyseprosesser ved at denne ((kan) foregå(r)):

- uten tilsetninger, som for eksempel kloroform, for å unngå uønsket bakterievekst;
- uten tilsetning av natriumhydroksid;
- med mulighet for varm- og kaldutvinning av olje/fett;
- med mulighet til å styre spektret av frie aminosyrer og peptider i sluttproduktet ved valg av råvarer for prosessen gjennom valg av spesifikke råvarer;
- med mulighet at styre resultatet av prosessen, med hensyn til aminosyre- og peptidsammensetning ved hjelp av de anvendte prosessparametrene så som temperatur og pH
- uten tilsetning av syre, under hydrolysen;
- med fleksible kombinasjon av ulike råvarer;
- ved hjelp av tilpasset konsentrering for utskilling av produktfraksjoner; og ved at den
- ved hjelp av tilpasset konsentreringsteknikk;
- ved at den bruker kortere tid ved hydrolyse, og
- gir et produkt som inneholder mineraler og sporemner med biologisk opphav.

Fremgangsmåten som er beskrevet er en naturlig hydrolyse av proteiner med det formål å oppnå tørkete sluttprodukter med ulike sammensetninger av korte peptider og frie aminosyrer. Prosessen gir ferdige produkter som inneholder fra 5% til 100% frie aminosyrer. I tillegg beskriver metoden utvinning av oljer/fett.

Valg av prosessparametere vil avgjøre hvilket sluttprodukt man får. På denne måten kan man tilpasse produkter til kundens ønsker.

30

25

15

7 Figur 1 viser en utførelsesform av anlegget i hvilken man anvender hydrolyseringsprosessen ifølge oppfinnelsen. En utførelsesform av oppfinnelsen er i det følgende beskrevet nærmere med henvisning til ovennevnte figur. Råvarene pumpes inn fra tank 1 igjennom et kvernesystem 2 som gir ønsket finfordeling av varene. Olje/fett fra råvarene kan utvinnes før enzymprosessen settes i gang. Her kan det for eksempel anvendes en kaldutvinning av oljen. Det er og tenkbart at ikke skille ut oljen før enzymeringen da pumpes varene direkte til varmeveksleren 5 i "by pas"-strøm D. Kaldutvinning av olje kan skje ved at man; 1. Sentrifugerer råvarene og skiller ut flytende og faste partiklar i to ulike fraksjoner eksempelvis i en dekantersentrifuge 3. 15 2. Separere ut oljen; med for eksempel en separator 4 fra den flytende fasen strøm A. 3. Den faste fasen strøm B og den tunge fasen fra separeringen blandes og pumpes til fermentoren 6 i strøm C 4. Oljefasen fra separeringen strøm D kan pumpes til en tank 10 via et sterilfilter 9 20 og dermed behøver den ikke videreraffineres for å oppnå næringsmiddelkvalitet. Varene kan pumpes via enten en "inline" kontinuerlig varmeveksler 5, alternativt i en batch arbeidende varmeveksler, til fermenteringstanken 6. Fermenteringstanken kan også brukes for oppvarming hvis det ikke gjøres i en varmeveksler før det pumpes inn. Til råvarene tilsettes temperert og pH justert vann strøm E som varmes via en varmeveksler 8 tilnærmet til den temperatur som fermenteringen skal foregå ved. Justeringen av pH gjøres fortrinnsvis gjennom at vannet bringes passere en filtermasse som avgir kalsium 7. Temperatur og pH overvakes med følere 11 eller på annen måte, i fermentoren mens prosessen foregår. Justering til ønsket pH skjer under prosessen fortrinnsvis med

benmel eller kalsium som tilsettes fra lagertank 12. Nitrogen kan og brukes for justering av pH under prosessen 13.

Når enzymeringen er klar varmes hydrolysatet via fortrinnsvis en varmeveksler 14 så at enzymene inaktiveres.

Vis hydrolysatet innholder bein eller andre faste partikler fjernes disse fortrinnsvis med en siktanordning 15. De faste partiklene strøm F kan ved hjelp av flotering 16 skilles i

8

to eller flere fraksjoner. Den tunga fraksjonen 17 består av ben hydroksyapatitt som kan tørkes og/eller brukes før pH justering strøm H. De lette fraksjonene strøm G er i hovedsak proteiner som ikke er hydrolyserte. Disse kan føres videre separat og blandes sammen med konsentrat fra konsentrator 22 før tørking. Alternativt kan de tørkes som et egen produkt.

Fettet som er tilbake etter første fettfraskilling separeres fra med for eksempel en trefase- separator 18. Oljen/fettet strøm I filtres 19 og kan tas til tank 20 for eventuell senere videreforedling osv.

Hydrolysatet strøm J behandles med en sentrifuge 21 så proteinene og lange peptider strøm N fraskilles. Disse blandes med konsentratet strøm M av frie aminosyrer og korte peptider fra konsentratoren 22 hydrolysatet strøm K konsentreres med fortrinnsvis en vakuum inndamper 26. Kondensatet strøm L kan brukes som tilsetningsvann strøm E. Konsentratet strøm M med innblandede proteiner og lange peptider kan tørkes på en spraytørke 23 fortrinnsvis av Filtermate® type.

Med mindre annet er anført er alle prosent angivelser her i vektprosent.

I det følgende beskrives prosessen nærmere:

20

1) Råvarer:

Råvarene til prosessen kan bestå av proteinvare fortrinnsvis fisk, fiskeprodukter, skalldyr, krepsdyr, bløtdyr og biprodukter fra fisk /fiskeindustri for eksempel fiskeslo og andre marine organismer fra ferskvann og saltvann. De ulike råvarene kan anvendes enkeltvis eller i kombinasjon av produkter som inneholder "enzymvare" og "proteinvare". "Enzymvaren" er råmaterialet som inneholder de endogene enzymer i tilfredsstillende mengde og kvalitet. "Proteinvaren" beskriver råmaterialer som ikke innbefatter de endogene enzymene i tilfredsstillende mengde og kvalitet og som således må suppleres med enzymvaren for å kunne gjennomføre enzymbehandlingen. I noen tilfeller kan enzymvaren være identisk med proteinvaren. Tidligere kjente prosesser beskriver en sammensetning mellom slo og proteinvare som forholdet 1:1. Metoden beskrevet her gjør det mulig å variere dette forholdet for å oppnå det ønskete resultat i sluttproduktet.

35

Råvarene fyller de lovbestemte kravene for utgangsprodukter for fremstilling av næringsmidler. Råvarene har tidligere gjennom lovverket og definisjoner blitt

. 9

klassifisert som avfall. Gjennom gode logistikk- og prosessrutiner vil man her være i stand til å få råstoffet godkjent som næringsmiddel. Det muliggjør produksjon i industriell målestokk og anvendelse av produktet i næringsmiddel- og/eller farmasøytisk industri.

2) Forbehandling av råvarene:

5

15

20

Råvarene pumpes inn fra tank, igjennom et kvernesystem, som gir ønsket finfordeling av varene. Kverningen gir større arbeidsoverflate for enzymene samt at den raskere frigjør råvarenes enzymer.

Olje/fett fra råvarene kan utvinnes før enzym-prosessen settes i gang. Her kan for eksempel anvendes en kaldutvinning av oljen.

Kaldutvinning av olje kan skje ved at man;

- 1. Sentrifugerer råvarene og skiller ut flytende og faste partiklar i to ulike fraksjoner.
- 2. Separere ut oljen fra den flytende fasen.
- 3. Den faste fasen og den tunge fasen fra separeringen blandes og pumpes til fermentoren
- 4. Oljefasen fra separeringen viderebehandles til ferdig kundespesifikt produkt som ikke behøver videreraffinerning for å oppnå næringsmiddelkvalitet.

Varene kan pumpes via enten en "inline" kontinuerlig varmeveksler, alternativt i en batch arbeidende varmeveksler, til fermenteringstanken. Fermenteringstanken kan også brukes for oppvarming hvis det ikke gjøres i en varmeveksler før det pumpes inn. Ønsker man å blande ulike typer råvarer i et visst forhold, kan disse produktene pumpes inn og blandes samtidig. Mengden av ulike råstoff kan styres ved hjelp av flowmålere og/eller nivåkontroll i fermentoren.

Dessuten er det mulig at råvarene ikke kvernes eller at råvarene kan unngå å blandes samtidig, ved at en kjent mengde av råstoff A pumpes inn på en blandetank og en kjent mengde av råstoff B deretter pumpes inn på samme tank.

Råvarene ønskes varmet til en temperatur som er gunstig for de enzymer man ønsker skal være mest aktive i hydrolyseprosessen. Dette temperaturintervallet strekker seg fra 40 – 62 °C. Optimalt intervall vil være 45 - 58 °C i de fleste tilfeller.

Ved bruk av forskjellige temperaturer vil man kunne oppnå virkning av forskjellige enzymer og styre aminosyresammensetningen.

Oppfinnelsen gir muligheter til underveis i prosessen, etter hydrolyse, utvinning/separering av fettet å oppnå et lavt fettinnhold i sluttproduktet.

Fettutskillingen kan gjøres før og/eller etter koagulering av proteinene. Typisk fettinnhold i sluttproduktet er mindre en 0.1 % i tørket peptid/aminosyreprodukt.

For fettutskilling kan det benyttes velkjente teknikker som dekantering, separering og /eller kjemiske metoder.

3) Hydrolyseprosess:

Blandingen av oppvarmede råvarer pumpes over i hydrolysekar/tanker. Til denne blandingen tilsettes temperert og pH justert vann som holder tilnærmet den temperatur som fermenteringen skal foregå i. Mengden vann vil kunne varieres i forhold til råstoff og ønsket resultat. I tidligere kjent teknikk ble det benyttet en mengde tilsatt på 50% av total mengde, dvs 50% råstoff og 50% vann. Ved fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen anvender man mindre vann, på grunn av en optimering av tilgjengelig enzym- og proteinvare samt temperatur og pH. Denne metoden benytter fra 10% til 40% tilsatt mengde vann. Optimalt vil vanntilsetningen ligge mellom 20 og 30%. Mindre tilsetning av vann betyr at konsentrasjonen av korte peptider og frie aminosyrer i hydrolysatet etter hydrolyse blir høyere, med besparing i prosess- og energikostnader som følge.

Hydrolysatet holdes i fermenteringstank/er under konstant omrøring og pumping. Hensikten med dette er å forbedre hydrolyseprosessen. En unnlatelse av å røre/pumpe hydrolysatet under prosessen vil kunne føre til å man ikke har god nok kontroll med pH, temperatur og selve prosessen. Hydrolysen vil kunne forløpe ulikt i deler av hydrolysatet og en del av enzymene vill kunne gå tapt .

For å kontrollere hvor langt hydrolysen er kommet, analyseres aminobundet nitrogen. Analysen kan skje enten direkte i fermentoren ved hjelp av automatisk utstyr eller på produksjonslaboratorium ved hjelp av velkjente teknikker, som formoltitrering eller liknende. Tidsbruken på prosessen vil kunne variere fra 1- 4 timer. Hydrolyseprosessen stoppes når andelen frie aminosyrer ikke lengre øker i hydrolysatet, dette for å unngå at

uønsket ammoniakk skal dannes, hvilket resulterer i reduksjon av utnyttelsesgraden av råvarene.

Det er en forutsetning for prosessen at det er alkaliske enzymer som virker. Det er derfor viktig_at pH > 7,00 ved hydrolysen. pH intervallet vil ligge mellom 7,00 og 8,50 Optimal hydrolyseprosess nås ved pH 7,60 til 8,20. Hvis pH er >8,1 men <8.4 under hele prosessen ekskluderes fritt tryptofan fra aminosyrespektret omvent hvis pH <7.6

derfor viktig_at pH > 7,00 ved hydrolysen. pH intervallet vil ligge mellom 7,00 og 8,50. Optimal hydrolyseprosess nås ved pH 7,60 til 8,20. Hvis pH er >8,1 men <8.4 under hele prosessen ekskluderes fritt tryptofan fra aminosyrespektret omvent hvis pH <7,6 men >7,4 under hele prosessen maksimeres tryptofan til alt som er mulig at utvinne, hvilket bestemmes av råvaren. Hvis temperaturen <46°C men >44°C og pH er <7,8 men >7,7 under hele prosessen oppløses kollagen ikke i større grad men fås som faste partikler.

Til pH-justering av hydrolysatet kan benyttes forskjellige baser, som for eksempel benmel fra tidligere utvunne fiskeben, kalsium og nitrogen/nitrogengass.

Ved den foreliggende oppfinnelsen tilsettes ikke HCl i prosessen. Årsaken til dette er det dannes uønskete salter. Likeledes vil kostnadene ved produksjonen bli høyere. Kjent teknikk beskriver dessuten kloroform som en tilsetning for å hindre bakterievekst. Dette er ikke benyttet i denne prosessen på grunn av den korte hydrolysetiden. Å benytte kloroform i industriell skala er ikke ønskelig, men mulig.

For å stoppe hydrolysen brukes forhøyet temperatur fortrinnsvis over 70 grader. Denne temperaturøkningen gjøres fortrinnsvis med "inline" varmeveksler.

For å segmentere innholdet av frie aminosyrer og korte peptider fra proteiner og lange peptider, kan man benytte kjente filtreringsteknikker. Fraksjonenes ulike tyngde og forskjellig kjemiske egenskaper kan også benyttes for å skille dem ved separering.

4) Konsentrering:

30

15

Det ferdige hydrolysatet ønskes så konsentrert. Dette gjøres for å fjerne vann før tørkeprosessen slik at kapasiteten på tørkingen blir utnyttet maksimalt. En forkonsentrering før tørking opp til 70% TS (tørrstoff) er mulig innen krystallisering inntrer.

En destillasjonsprosess av typen vakuuminndampning er godt egnet til dette formålet, men hvilke som helst andre former for konsentreringsanordninger kan brukes.

Vakuumkinndamperen konsentrerer vesken på lav temperatur, slik at man ikke ødelegger peptider/aminosyrer.

Inndamping kan skje ved temperaturintervallet 50 - 85 °C. Optimalt vil det være fra 65 -

Inndamping kan skje ved temperaturintervallet 50 - 85 °C. Optimalt vil det være fra 65 - 70 °C. Ytterligere kan hydrolysatet kjøres direkte til tørking (se punkt 6) uten å gå veien om konsentrering eller at konsentrering foregår på andre måter enn ved koking eller vakuuminndamping. Ulike typer av filtrerings-/membran-/osmoseanlegg vil også kunne utføre dette.

5) Tørking/Granulering:

10

Etter konsentrering kan produktet tørkes hvis man ønsker det, men det kan også tenkes at produktet foreligger i flytende form eller i hvilken som helst tilstand mellom tørr og flytende form. Tørking gjør at produktet blir mer lagringsstabilt, og det forenkler logistikk og håndtering. Måten produktet tørkes på er avgjørende for sluttresultatet. Et ferdig peptid-/aminosyreprodukt vil kunne være svært hygroskopisk og er derfor en utfordring med tanke på denne prosessen. For å gjøre produktet lettere håndterbart ønskes et granulert produkt.

- I en utførelsesform av denne prosessen foregår tørking og granulering i to trinn men det kan selvfølgelig også tenkes ettrinnsprosesser. Først trinn omfatter tørking til pulver i spraytørke eller lignende, med kjølesteg og deretter granulering ved hjelp av tilsetning av flytende hydrolysat.
- Granulering foregår ved at man "bygger" granulater ved at pulver/produkt holdes i kraftig bevegelse ved hjelp av mekanisk roterende blader som gir produktet en fluid-bed lignende karakter. Deretter sprayes konsentratet/hydrolysatet inn i denne massen. Dette gjør at man gradvis bygger granulater. Det hele er en kontinuerlig prosess. På slutten av granuleringsprosessen blåses tørket kald luft over/igjennom granulatet. Granulatet siktes og ønsket fraksjon tas ut. Gjenværende finstoffer tilbakeføres for videre granulering. For store granulater kvernes og siktes på nytt. Eventuell nydannede finstoffer går i retur til granulering.

Som tidligere nevnte er den ovenfor skisserte tørke- og granuleringsprosessen kun en av utførelsesformene som kan anvendes for å tørke og granulere produktene av fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen og enhver fagmann på området vil forstå at hvilke som helst andre egnete metoder kan anvendes for å oppnå et liknende resultat.

Selvfølgelig er det også mulig å blande ulike additiver blandes inn i produktet, fortrinnsvis ved granuleringstrinnet.



<u>Patentkrav</u>

1.

10

15

20

25

Fremgangsmåte for utvinning av peptider/aminosyrer og olje/fett fra en eller flere proteinholdige råvarer karakter i sert ved at den innbefatter følgende trinn:

- a. å kverne råvarene;
- å oppvarme den kvernede råvarene til temperaturer i området fra 40 62°C, fortrinnsvis 45 - 58°C;
- c. å eventuelt før og/eller etter oppvarmingen separere olje/fett fra råvarene for å oppnå et første oljeprodukt;
- d. å tilsette vann, hvor vannet holder tilnærmet eller samme temperatur som råvarene, hvor pH-verdien av vannet er justert ved tilførsel av kalsium;
- e. å hydrolysere råvarene med endogene enzymer for å fremstille et hydrolysat;
- f. å eventuelt under hydrolyseringen tilsette en pH-regulator, for å opprettholde den ønskede pH-verdi i hydrolysatet;
- g. å oppvarme hydrolysatet til 75-100°C, fortrinnsvis 85-95°C;
- h. å fjerne større partikler fra hydrolysatet inklusive ikke hydrolyserte proteiner;
- i. å eventuelt skille ut fett/olje, for å oppnå et andre oljeprodukt;
- j. å fjerne proteinene og lange peptider;
- k. å konsentrere de resterende aminosyrer og peptider;
- 1. å tilbakeføre proteiner og lange peptider til konsentratet for å oppnå et proteinprodukt og
- m. å eventuelt tørke proteinproduktet, for å oppnå et tørt produkt inneholdende proteiner, frie aminosyrer og kort og lange peptider.
- Fremgangsmåte ifølge krav 1, kar akter i ser tved at vannet som tilsettes i trinn dutgjør 10-40 %, fortrinnsvis 20-30% vann av en total reaksjonsblanding.
- Fremgangsmåte ifølge krav 1, kar akter i ser t ved at den forgår som en lukket prosess.

4. Fremgangsmåte ifølge krav 1, karakter i sert ved at pH-regulatoren i trinn fer nitrogengass, kalsium eller benmel.

5

10

15

5.
Fremgangsmåte ifølge krav 1, k a r a k t e r i s e r t v e d at den videre omfatter å oppdele de større partiklene fra trinn h i bendeler for fremstilling av benmel, proteinrester og andre faste partikler.

6.
Fremgangsmåte ifølge et av kravene 1-5, karakter i ser t ved at proteinproduktet omfatter 5-95 vekt-% frie aminosyrer, fortrinnsvis 30-60 vekt-%.

7.
Fremgangsmåte ifølge et av kravene 1-6, k a r a k t e r i s e r t v e d at proteinproduktet inneholder mindre enn 0,5 vekt-% fett.

Fremgangsmåte ifølge et av kravene 1-7, karakter i sert ved at proteinproduktet inneholder mindre enn 1 vekt-% salt.

 Anvendelse av en av fremgangsmåten ifølge krav 1 for fremstilling av et veterinærmedisinsk produkt.

10.
Anvendelse av en av fremgangsmåten ifølge krav 1 for fremstilling av et næringsmiddelprodukt.

Anvendelse av en av fremgangsmåtene ifølge krav 1 for fremstilling av et förprodukt.

Olje, karakter i sert ved at den er det første oljeprodukt fremstilt ved fremgangsmåten ifølge krav 1 er kaldpresset og av næringsmiddelkvalitet

